

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-171527

(43) 公開日 平成7年(1995)7月11日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

B 0 8 B 3/12

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

Z 2119-3B

審査請求 未請求 請求項の数9 OL (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平6-213728

(22) 出願日 平成6年(1994)9月7日

(31) 優先権主張番号 0 8 2 8 6 6

(32) 優先日 1993年9月7日

(33) 優先権主張国 米国 (U S)

(71) 出願人 390039147

ヒューズ・エアクラフト・カンパニー

HUGHES AIRCRAFT COMPANY

アメリカ合衆国、カリフォルニア州

90045-0066, ロサンゼルス, ヒューズ・

テラス 7200

(72) 発明者 トーマス・ビー・スタンフォード

アメリカ合衆国、カリフォルニア州

90731, サン・ペドロ, サウス・グラン

ド・アベニュー 2112

(74) 代理人 弁理士 鈴江 武彦

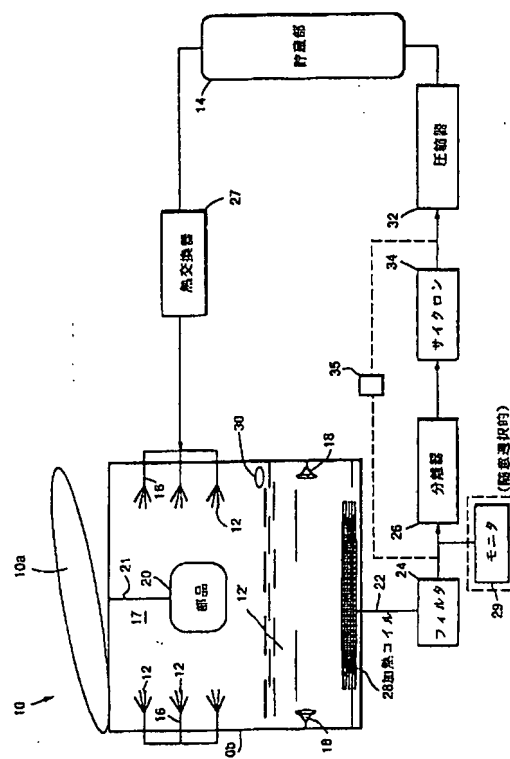
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 液化ガスを使用した安価な洗浄装置

(57) 【要約】

【目的】 本発明は、コンデンサおよびリサイクルシステムを不要にし、洗浄室の圧力が比較的 low、それによって超臨界洗浄システムの費用を実質的に減少させる洗浄装置を提供することを目的とする。

【構成】 周辺温度で約105.4kg/cm<sup>2</sup> の最大圧力に耐える容器中の閉鎖された洗浄室17中に洗浄すべき基体を支持し、洗浄室17に取付けられた超音波エネルギー生成トランスデューサ18と、約63.3kg/cm<sup>2</sup> より小さい圧力下で前記洗浄室中に前記液化ガスを導入する入口手段16と、室17内の温度を制御するための温度制御手段27と、入口手段16に液化ガス12を供給するための貯蔵手段14と、液化ガス12を液体12' に変化させる手段28と、洗浄室17から液体12' を除去する出口手段22とを具備していることを特徴とする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 選択された基体の表面から不所望の粒子および汚染を除去する装置において、

(a) 不所望の粒子および汚染を含む基体と、液化ガスから導出された液体を含むための、周辺温度で約 105.4k g/cm<sup>2</sup> の最大圧力に耐えるように構成されている壁を備えた容器中の閉鎖された洗浄室と、

(b) 前記洗浄室中で前記基体を支持する手段と、

(c) 前記洗浄室内で前記容器に取付けられた超音波エネルギー生成トランスデューサ手段と、

(d) 約 63.3kg/cm<sup>2</sup> より小さい圧力で前記洗浄室中に前記液化ガスを導入するための前記容器に結合された入口手段と、

(e) 前記室内の温度を約 50℃ まで制御するための前記洗浄室に接続された温度制御手段と、

(f) 前記入口手段に前記液化ガスを供給するための貯蔵手段と、

(g) 前記液化ガスを液体に変化させる手段と、

(h) 前記洗浄室から前記液体を除去するための前記洗浄室中の出口手段とを具備していることを特徴とする基体の表面から不所望の粒子および汚染を除去する装置。

【請求項 2】 さらに、前記液体から粒子を除去するためのフィルタ処理手段を具備し、前記フィルタ処理手段が前記出口手段と関連している請求項 1 記載の装置。

【請求項 3】 前記基体の表面から不所望の粒子および汚染を除去する装置は閉じられた再循環システムを構成し、前記フィルタ処理手段は前記洗浄室からの除去後、10乃至100 μm 程度の粒子を前記液体から除去するために前記出口手段と関連しており、前記液化ガスから液体を供給する手段は前記液化ガスが液体状態であることを確実にするために前記フィルタ処理手段と前記貯蔵手段との間に圧縮手段を含み、装置はさらに前記洗浄室中にそれを導入する前に前記液体の温度を制御するために前記貯蔵手段と前記入口手段との間に熱交換器を含んでいる請求項 2 記載の装置。

【請求項 4】 さらに、前記フィルタ処理された液体をその気体状態に変換するために前記フィルタ処理手段と前記圧縮手段との間に減圧バルブを含んでいる請求項 3 記載の装置。

【請求項 5】 さらに、前記フィルタ処理手段の後段において 0.1 乃至 1 μm 程度の粒子および有機物質を前記液体から除去し、その気体状態に前記フィルタ処理された液体を変換するために前記圧縮手段の前段に分離手段と、小さい粒子を除去するためのサイクロン手段とを備えている請求項 3 記載の装置。

【請求項 6】 さらに、粒子および有機汚染レベルを監視するための監視手段を含み、この監視手段は前記洗浄室からの除去後に前記液体を監視するために前記出口手段と関連している請求項 3 記載の装置。

【請求項 7】 さらに排出システムを具備し、前記フィ

ルタ処理手段は前記洗浄室からの除去前に 10 乃至 100 μm 程度の粒子を前記液体から除去するために前記出口手段と関連している請求項 2 記載の装置。

【請求項 8】 さらに、前記フィルタを前記液体が通過した後、排出の前に 0.1 乃至 1 μm 程度の粒子を前記液体から除去するために前記出口手段と関連した分離器を含んでいる請求項 7 記載の装置。

【請求項 9】 さらに、そこに含まれている前記液化ガスを加熱するための加熱手段を前記貯蔵部内に含んでいる請求項 7 記載の装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、基体を洗浄するための超臨界流体の使用、特に高価な高圧装置を必要とせず、一般的脱脂および粒子除去を高い洗浄効率で行う超音波キャビテーションと組合せて液体二酸化炭素等の液化ガスを使用したプロセスおよび装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 超音波洗浄は長年にわたって工業的に使用されている。通常のプロセスにおいて、超音波処理媒体は有機媒体、水または水溶液であり、超音波エネルギーがキャビテーション、すなわち気泡の形成およびそれに続く崩壊を促進するために媒体に供給される。両タイプの溶媒は、通常不所望な汚染を除去するのに十分であるが、欠点を有している。多数の基体が水性媒体への露出に続く厳密な乾式プロセスを必要とし、これはしばしば時間を費やす高温工程である。超音波処理媒体としての有機溶媒の使用は化学廃棄物の問題を生じさせ、厳しい規制下に置かれる。付加的な欠点は、有機物または粒子にかかわらず除去された汚物の処理に関連している。汚染が一度溶解または懸濁した放射性粒子等の制御された材料である場合、そのボリュームは実質的に増加され、これは付加的な予備処理および廃棄問題を生じさせる。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 これらの通常の超音波洗浄プロセスにおいて、超音波エネルギーを生成するためにトランスデューサがしばしば使用される。別のプロセスにおいて、キャビテーションノズルが使用される。例えば、J. Pisani 氏による米国特許第 4,906,387 号明細書 ( "Method for Removing Oxidizable Contaminants in Cooling Water Used in Conjunction with a Cooling Tower" , 1990 年 3 月 6 日出願 ) および第 4,990,260 号明細書 ( "Method and Apparatus for Removing Oxidizable Contaminants in Water to Achieve High Purity Water for Industrial Use" , 1991 年 2 月 5 日出願 ) には、水中でキャビテーションを誘導し、水を分離して、酸化剤として作用する無基の水酸基を生成することによって水から汚染物を除去する方法が記載されている。Pisani 氏のプロセスにおいて、水酸基の遊離基によって開始された酸化プロセスを連続するためにキャビテーショ

ンと組合せて紫外線放射が使用される。Pisani氏のプロセス中のキャビテーションは、“臨界流”ノズルによって生成される。

【0004】D.P.Jackson氏他による米国特許第5,013,366号明細書には、高濃度相ガスの位相シフトを使用した別の形式の洗浄プロセスが記載されている。そのプロセスは臨界圧力以上で高濃度相ガスを使用する。その後、臨界値より上に圧力を維持している間に、高濃度流体の臨界温度より上の温度とそれより下の温度との間で段階的に高濃度流体の温度を変化することによって、液体状態と超臨界状態との間で高濃度相ガスの相がシフトされる。流体の例には、(1)メタン、エタン、プロパン、ブタン、ペンタン、ヘキサン、エチレンおよびプロピレン等の炭化水素と、(2)テトラフルオロメタン、クロロジフルオロメタンおよびペルフルオロプロパン等のハロゲン化炭化水素と、(3)二酸化炭素、アンモニア、ヘリウム、クリプトン、アルゴン、六フッ化硫黄および酸化窒素等の無機物と、(4)その混合物が含まれる。別の実施例において、高濃度相ガスは洗浄処理中に紫外線(UV)に露光されるか、或は高濃度相ガスおよび基体表面を攪拌するように超音波エネルギーが洗浄処理中に供給されてよい。

【0005】さらに別の洗浄方法において、素子は周辺大気圧より上の圧力に維持された洗浄室中に配置され、高い圧力下にある液体二酸化炭素等の液体溶媒の噴射がそこから汚染を除去するように素子に向けて行われる。このような方法は、例えばR.L.Cherry氏他による米国特許第4,832,753号明細書および第4,936,922号明細書に記載されている。溶媒の小滴は、洗浄されるべき素子から非常に小さい1マイクロメートル以下の粒子を除去する“流体ハンマー”として作用し、それらが室中で素子上を流れている清浄な乾燥した空気の流れによって取除かれる室中に粒子を拡散させる。

【0006】“スーパースクラブ”精密洗浄装置(ヒューズエアクラフト社の商標)等の超臨界流体洗浄技術に基づいたシステムは、典型的に圧力容器、流体ポンプ、流体貯蔵部、分離器およびコンデンサシステム、種々バルブ、トランスデューサおよび温度センサを含む。使用される圧力容器は、 $351.5\text{kg/cm}^2$  ( $5,000\text{psi}$ )までの圧力および約 $100^\circ\text{C}$ までの温度にすることができる。この技術は、窒素、酸素、アルゴン、ヘリウム、メタン、プロパン、二酸化炭素および酸化窒素等の最有力候補の超臨界流体の臨界点を越えることが要求される状況を生じさせる。この性質のシステムは高価である。このようなシステムの費用は高度に正確な洗浄に対して十分に正当化される。しかしながら、多数の粒子および有機汚染に対して、洗浄プロセス基準はしばしばそれらの超臨界状態でこれらの流体を使用せずに満足されてよい。したがって、小規模で“ローエンド”洗浄適用に対して簡単化された高い信頼性の特性を提供するシステムが必要と

されている。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明によると、選択された基体から不所望の材料を除去する装置は、(a)不所望の粒子および汚染を含む基体と、液化ガスから導出された液体を含むための、周辺温度で約 $105.4\text{kg/cm}^2$ の最大圧力に耐えるように構成されている壁を備えた容器中の開鎖された洗浄室と、(b)前記洗浄室中で前記基体を支持する手段と、(c)前記洗浄室内で前記容器に取付けられた超音波エネルギー生成トランスデューサ手段と、(d)約 $63.3\text{kg/cm}^2$ より小さい圧力下で前記洗浄室中に前記液化ガスを導入するための前記容器に結合された入口手段と、(e)前記室内の温度を約 $50^\circ\text{C}$ まで制御するための前記洗浄室に接続された温度制御手段と、(f)前記入口手段に前記液化ガスを供給するための貯蔵手段と、(g)前記液化ガスを液体に変化させる手段と、(h)前記洗浄室から前記液体を除去するための前記洗浄室中の出口手段とを具備していることを特徴とする。

【0008】除去された液体は、その後さらに粒子および有機物汚染を除去するように処理され、洗浄室に再循環されるか、或は大気に排出される。このプロセスは、特に高い正確さの洗浄が不要である場合に一般的な脱脂および粒子除去プロセスに適用可能である。

【0009】本発明の利点は、それぞれ従来技術のシステムの主要な出費項目であるコンデンサおよびリサイクルシステムを不要にすることである。さらに、本発明の洗浄室に必要な圧力割合は比較的低く( $1,500\text{psi}$ 以下、すなわち $105.4\text{kg/cm}^2$ 以下)、それが典型的な超臨界洗浄システムの費用に対するその費用を実質的に減少させる。本発明の装置の費用は、従来技術のシステムの費用の半分以下である。本発明はまた離れた、または接近し難い洗浄装置用および迅速で小型のバッチ並びに半連続プロセスに対する液化流体洗浄の適用を可能にする。これらの両要求は現在の超臨界流体洗浄装置パッケージによって容易に満足されない。

【0010】

【実施例】超臨界流体を使用する典型的な装置要求のために、いくつかの場合において主要費用が結果的に比較的高くなる。本発明は、超臨界状態で流体を使用するときに通常要求される高い圧力を使用せずに高い洗浄効率を実現する。超音波エネルギーと共同する液化流体洗浄用の典型的な候補である多数の流体が存在している。これらは窒素、酸素、アルゴン、ヘリウム、メタン、プロパン、二酸化炭素および酸化窒素を含む。

【0011】図1および図2は本発明の2つの実施例を示している。各実施例において、蓋10aを備えた小さい(1乃至20リットル)容器10が使用される。液体12は、洗浄室17を限定している容器の壁10bに沿ってノズル16を通して加圧された貯蔵部14から供給される。また、容

器10は超音波トランスデューサ18を具備している。動作中、容器10はノズル16を通して流体12により充填される。一度流体12により充填されると、超音波が部品20を最終洗浄し、汚染の終約トレースを除去するために与えられる。部品20は支持手段21によって容器10中に支持されている。流体12は洗浄後に容器10から出口22を通して排出され、粒子および有機汚染物を除去するためにフィルタ24および分離器26によって処理される。

【0012】以下の説明はCO<sub>2</sub>の使用に関して与えられているが、本発明を実施する時にその他の液化流体が使用されてもよい。

【0013】[中間洗浄システム] 図1は、本発明の中間の形態を表した第1の実施例を示す。この洗浄プロセスにおいて使用されるステップは以下の通りである：

(1) 液体CO<sub>2</sub>による容器の充填

洗浄されるべき部品20は容器10に配置され、その後容器10は閉じられ、CO<sub>2</sub>12が容器壁のノズル16を通して容器中に導入される。最初に、スノーが形成されるが、流体12の状態は熱交換器27中の温度によって制御される。圧力が高まると、CO<sub>2</sub>は容器10の中で冷却コイル28を使用して液体12'として濃縮される。液体CO<sub>2</sub>12'は、圧力および温度によって定められるCO<sub>2</sub>の臨界点より上または下であってもよい。このプロセスにより意図された最大圧力は周辺温度で約70.3 kg/cm<sup>2</sup> (1,000psi)である。

【0014】(2) 液体CO<sub>2</sub>中での超音波処理  
流体による充填後、温度は液体状態(すなわち、25℃、800psiすなわち56.2 kg/cm<sup>2</sup>)を維持するために必要に応じて調節される。流体レベルは、容器10中のレベル指示器30によって部品20を浸漬するために必要に応じて貯蔵部14から供給されて調節される。その後、約5乃至100キロヘルツの周波数で1以上の超音波処理ホーン18を使用して超音波処理が液体CO<sub>2</sub>12'中で実行される。

【0015】(3) CO<sub>2</sub>による脱脂  
液体12'は、加熱コイル28により32℃より上に加熱される。随意選択として、このシステムは容器からの流出物のモニタ29を備えている。モニタ29は、粒子および有機物汚染レベルを監視する。洗浄が繰返される場合、粒子および有機物レベルは部分が“清浄”と見なされるまで低下させられる。その後、モニタの結果に応じて、ステップ2および3が繰返される。

【0016】(4) 圧縮

洗浄が終了した後、流体12は再循環され、圧縮器32を使用して貯蔵部14中に圧縮される。

【0017】この第1の実施例において、洗浄流体12は再循環されるが、従来技術のスーパースクラブ精密洗浄装置によって行われる高いレベルの代りに、おおまかなまたは“第1のレベル”の純化のみが実行される。粒子除去は段階的であり、フィルタの詰まりおよび保守点検を最小にするために最終ステップが最後のフィルタ処理

前に10μmの大きさまで実施される。10乃至100μm程度の大きい粒子は、保守点検および動作を容易に実施するためにフィルタ24を使用して分離器26に入る前に濾過処理される。サイクロン分離器34は0.1乃至10μm程度の小さい粒子を除去するために使用され、これは既知のフィルタ/ワイパー方法より低い効率で有機物汚染を分離するが、容易な保守点検および短い濃度低下時間を実現する。圧縮器32は、液体貯蔵部14を満たして加圧するために使用される。貯蔵部の圧力は容器10を満たすように機能し、流体サイクルを完成させる。この方法は液体ポンプおよびコンデンサを不要にし、さらに簡単な動作を行わせる。しかしながら、再循環能力を与えることによって、要求される任意の清浄さ基準を満たすことを確実にするように供給される気体を純化することができる。この実施例において、モニタ29は液体12'が予め定められたレベルより下に粒子および汚染を含んでいる時を決定することによって、部品20が洗浄される時を決定するために使用されることができる。

【0018】上記の装置の修正形態において、分離器26およびサイクロン34の代りとして、それらをバイパスする減圧バルブ35が使用される。バルブ35は液体12が気化状態に膨脹することを可能にし、その後それは圧縮器32によって圧縮されて液体状態にされる。(分離器26はこのようなバルブ35を含んでいることが理解されるであろう。)いずれの場合において圧縮器32の使用は、貯蔵器14を満たすことを確実にする。この場合、粒子および汚染レベルが予め定められたレベルを越えるか否かによって、液体12が依然として有効か否かを決定するためにモニタ29が使用されることができる。

【0019】液化ガスは変性剤と共に使用されてもよい。典型的に、高濃度相溶媒すなわち変性剤のモニタパーセンテージ(約50 vol/vol%)はバルク圧縮ガスに付加される。これらの変性剤は圧縮されたガスと混合され、非可燃性で無害の混合物を形成する。変性剤は、高い圧力(約1,500 psi、すなわち105.4kg/cm<sup>2</sup>)および温度(約50℃まで)が使用されることができるよう混合物の臨界点を変化し、改良された超音波処理が行われる。さらに、変性剤は高濃度ガスの化学特性を変化させ、混合物の溶解特性を改良する。使用される変性剤は除去されている汚染に依存している。有極性有機物汚染を除去するために、イソプロパノールまたはアセトン等の変性剤が使用される。有極性無機物汚染を除去するために、水が使用されることが望ましい。低分子量の無極性有機物(C<sub>6</sub>乃至C<sub>18</sub>)汚染を除去するために、ヘキサン等の変性剤が使用される。高分子量の無極性有機物(>C<sub>18</sub>)汚染を除去するために、ケロセン等の変性剤が使用される。随意選択的に、洗浄されるべき部品20の表面上に残っている変性剤は、超臨界状態のCO<sub>2</sub>を導入して超音波処理することによって容器10からの液体CO<sub>2</sub>の除去に後続して除去されてもよい。



【0020】 [ローエンド洗浄システム] 図2に示された本発明の第2の実施例は、不規則的で頻繁な小さいバッチ寸法の要求に伴う、また供給流体12に対するきびしい純度基準が不要である場合のローエンド（すなわち、安価な）使用を目的とする。この実施例は液化流体洗浄にとって必要最小限のものを構成し、基本的な簡易性、フレキシビリティおよび費用的に有効な動作を提供する。このプロセスにおいて使用されるステップは以下の通りである：

(1) 液体CO<sub>2</sub> による容器の充填

洗浄されるべき部品20は容器10に配置され、その後閉じられ、CO<sub>2</sub> 12が容器壁のノズル16を通して容器中に導入される。最初に、スノーが形成されるが、容器を充填するために液体12' と置換される。上記のように、流体の物理的な状態は熱交換器36を使用して温度によって制御される。

【0021】 (2) 液体CO<sub>2</sub> 中での超音波処理  
最終的な洗浄は、上記のように超音波処理により行われる。図2のbは、容器10を満たしている液体CO<sub>2</sub> 12' を示す。

【0022】 (3) 排出

超音波処理後、流体12は有機物および粒子汚染を除去するために分離器38を通して排出される。分離器38を通して排出する前に、大きい粒子（10乃至100 μm）は容器10の底部においてフィルタ40によって除去される。

【0023】 第1の実施例と同様にこの第2の実施例もまた内部ノズル16を通して容器10に流体12を供給する。しかしながら、この第2の実施例は流体12を再循環せず、その代りに分離器38における粒子および有機物汚染の除去後、排気手段42によってそれを大気中に排出する。

【0024】 容器10の加圧は、タンクまたはシリンダ型

のCO<sub>2</sub> 供給源44だけによって実施される。圧力は、ヒータ46によってタンク44中のCO<sub>2</sub> を加熱することによって増加される。典型的に、CO<sub>2</sub> の温度は約30℃に維持され、約70.3 kg/cm<sup>2</sup> (1,000psi) の圧力を供給する。これは、貯蔵部14（図1に示されているような）およびポンプを不要にし、システムの上限圧力要求を減少させ、それによって結果的に非常に簡単に安価な処理装置を生成する。しかしながら、この方法は基準以下の状態に処理を制限し、それは超臨界状態の洗浄利点を使用することができないことを意味する。この実施例において、液体CO<sub>2</sub> 12' の洗浄効果は超音波処理の使用により最適化され、効果の低い溶媒を使用した洗浄効果の欠点を克服する。

【0025】 本発明は、精密洗浄用の液化流体、抽出、粒子除去および脱脂に関連した多数のプロセスに適用可能である。例示的な適用は、コンタクトレンズ、燃料インジェクタ、エンジンブロック、時計、小型電気機器およびレイザブレードの製造中、ベアリングの脱脂およびエンジン修理店での洗浄を含む。

【0026】 以上、液化ガスを使用して基体から汚染を除去するプロセスを示した。当業者は顕著な特性の種々の修正および変化が本発明の技術的範囲を逸脱することなく行われ、このような修正および変化は全て添付された特許請求の範囲によって限定されるような本発明の技術的範囲内にあることを意図されていることを理解するであろう。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の実施に使用される装置の第1の実施例の部分断面図。

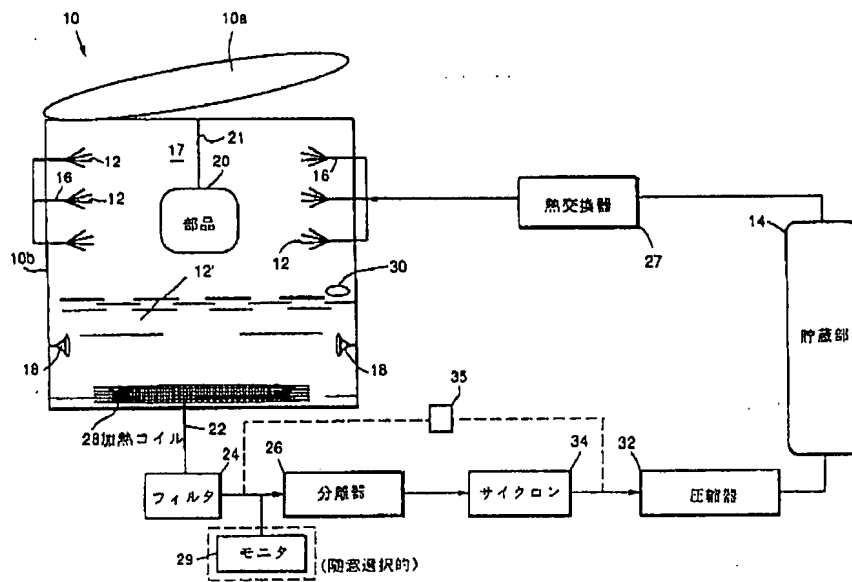
【図2】 洗浄液で満たす前および洗浄液で満たした後の装置を示した本発明の実施に使用される装置の第2の実施例の部分断面図。

10

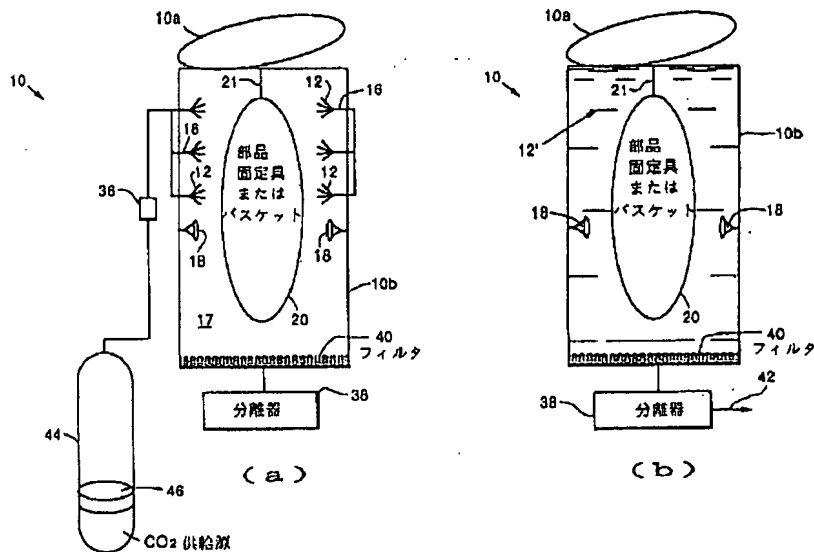
20

30

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 シドニー・シー・チャオ  
 アメリカ合衆国、カリフォルニア州  
 90266、マンハッタン・ビーチ、フォーテ  
 イーンズ・ストリート 752